

L2 ANSWER 1 OF 1 WPIX COPYRIGHT 2001 DERWENT INFORMATION LTD

AN 1994-045133 [06] WPIX

DNC C1994-020188

TI Water absorbing agent - is obtd. by adding water adsorbing polymer with acidic gp. to polycationic cpd. contg. prim., sec. or tertiary amino gp., providing agent with controlled particle size, etc..

DC A14 P32

PA (JAPC) NIPPON SHOKUBAI CO LTD

CYC 1

PI JP 06000370 A 19940111 (199406)\* 7p

JP 3107909 B2 20001113 (200060) 8p <--

ADT JP 06000370 A JP 1992-159745 19920618; JP 3107909 B2 JP 1992-159745 19920618

FDT JP 3107909 B2 Previous Publ. JP 06000370

PRAI JP 1992-159745 19920618

AN 1994-045133 [06] WPIX

AB JP 06000370 A UPAB: 19940322

100 pts. wt. water absorbing polymer with acidic gp. such as partially neutralised polyacrylate polymer (particle size content below 149 microns = 15-75 wt.%) is added with polycationic cpd. contg. prim. amino gp., sec. amino gp. or tertiary amino gp., such as polyalkylene polyamine, polyethylene imine, polyallyl amine, polyvinyl amine and polyether amine (1-10 pts. wt., Mw = 5000, pref. 10000-100000) to form water absorbing agent (water absorbing rate = 20-90 sec. pref. 30-70 sec. for 28g saline water/g. particle size content below 149 microns of less than or equal to 10 wt.%, particle size content of 149-500 microns of more than or equal to 50 wt.%). 55-95 pts. wt. of the obtd. agent and 55-5 pts. wt. crushed pulp are mixed and used as water absorbing water.

USE/ADVANTAGE - Water absorbing agent with controlled particle size, water absorbing rate and elasticity is obtd. by this method.

In an example, 100 pts. wt. polyacrylate resin particle and 6 pts. wt. epoxy resin are mixed, permeated through mesh (opening size = 840 microns) and added with 0.5 pts. wt. aerosil to form water absorbing agent.

Dwg.0/0

(19) 日本国特許庁 (J P)

## (12) 特 許 公 報 (B 2)

(11) 特許番号

特許第3107909号

(P 3 1 0 7 9 0 9)

(45) 発行日 平成12年11月13日 (2000. 11. 13)

(24) 登録日 平成12年 9 月 8 日 (2000. 9. 8)

(51) Int. Cl. 7 識別記号

C08L101/14

A61F 13/00

B01J 20/26

350

F I

C08L101/14

A61F 13/00

B01J 20/26

350

D

請求項の数16 (全8頁)

(21) 出願番号 特願平4-159745

(22) 出願日 平成4年6月18日 (1992. 6. 18)

(65) 公開番号 特開平6-370

(43) 公開日 平成6年1月11日 (1994. 1. 11)

審査請求日 平成9年4月25日 (1997. 4. 25)

(73) 特許権者 000004628

株式会社日本触媒

大阪府大阪市中央区高麗橋4丁目1番1号

(72) 発明者 原田 信幸

大阪府吹田市西御旅町5番8号 株式会社 日本触媒 中央研究所内

(72) 発明者 和田 克之

大阪府吹田市西御旅町5番8号 株式会社 日本触媒 中央研究所内

(72) 発明者 下村 忠生

大阪府吹田市西御旅町5番8号 株式会社 日本触媒 中央研究所内

(74) 代理人 100072349

弁理士 八田 幹雄 (外1名)

審査官 中村 泰三

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 吸水剤およびその製造方法

1

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】 149 $\mu$ m以下の粒子が10重量%よりも少なく、かつ生理食塩水28g/吸水剤gを吸水する際に吸水速度が20～90秒の範囲である粒子状の吸水剤であって、かつこのようにして得られる膨潤ヒドロゲルに直径15/32インチ(約11.9mm)の鋼球(JIS B-1501の鋼球)を20cmの高さから自由落下させたときに、該鋼球が膨潤ヒドロゲルから弾むか、もしくは静止後、膨潤ヒドロゲルへの該鋼球(約11.9mm)の侵入がないことを特徴とする吸水剤。

【請求項2】 該粒子状の吸水剤が149 $\mu$ m以下の粒子が10重量%よりも少なく、かつ149～500 $\mu$ mの粒子が50重量%以上に粒子制御されたものである請求項1に記載の吸水剤。

【請求項3】 該粒子状の吸水剤が造粒されたものであ

2

る請求項1または2に記載の吸水剤。

【請求項4】 該吸水速度が30～70秒である請求項1～3のいずれか一つに記載の吸水剤。

【請求項5】 149 $\mu$ m以下の粒径を有する粒子が15～75重量%の範囲の酸性基を有する吸水性架橋重合体粒子100重量部に対し、分子量5,000以上の第1級アミノ基、第2級アミノ基、第3級アミノ基およびそれらの塩よりなる群から選ばれた少なくとも1種を含むポリカチオン化合物を1～10重量部含有する水性液として添加混合することを特徴とする吸水剤の製造方法。

【請求項6】 149 $\mu$ m以下の粒径を有する粒子が25～65重量%の範囲である請求項5に記載の吸水剤の製造方法。

【請求項7】 該酸性基を有する重合体粒子が部分中和

ポリアクリル酸塩架橋重合体粒子である請求項5または6に記載の吸水剤の製造方法。

【請求項8】 ポリアクリル酸塩架橋重合体粒子が水溶液重合により得られたものである請求項7に記載の吸水剤の製造方法。

【請求項9】 該ポリカチオン化合物がポリアルキレンポリアミン、変性ポリエチレンイミン、ポリアリルアミン、ポリビニルアミンおよびポリエーテルアミンよりなる群よりなる群から選ばれた少なくとも1種のものである請求項5～9のいずれか一つに記載の吸水剤の製造方法。

【請求項10】 該ポリカチオン化合物がポリエチレンイミンである請求項5～9のいずれか一つに記載の吸水剤の製造方法。

【請求項11】 該ポリカチオン化合物の分子量が10,000～100,000の範囲である請求項5～10のいずれか一つに記載の吸水剤の製造方法。

【請求項12】 該吸水性架橋重合体粒子に該ポリカチオン化合物を添加混合してなる吸水剤は、149 $\mu$ m以下の粒子が10重量%よりも少なく、かつ149～500 $\mu$ mの粒子が50重量%以上に粒子制御されたものである請求項5～11のいずれか一つに記載の吸水剤の製造方法。

【請求項13】 該吸水剤は造粒により得られたものである請求項5～12のいずれか一つに記載の吸水剤の製造方法。

【請求項14】 該ポリカチオン水性液の濃度が10～90重量%である請求項5～13のいずれか一つに記載の吸水剤の製造方法。

【請求項15】 請求項1～4のいずれか一つに記載の吸水剤55～95重量部および粉碎パルプ55～5重量部の混合物よりなる吸水体。

【請求項16】 請求項15に記載の吸水体を用いた体液吸収物品。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、制御された吸水速度および優れたゲル弾性を有する新規な吸水剤およびその製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】 近年、合成の吸水剤、いわゆる吸水性樹脂が開発され、生理用ナプキン、使い捨ておむつ等の衛生材料の構成素材としてのみならず、止水材、結露防止材、さらに鮮度保持材、溶剤脱水材等の産業用途、緑化、農園芸などの保水、吸水の必要な用途に実用化されつつある。

【0003】 この種の吸水性樹脂としては、カルボキシメチルセルロース架橋体、架橋ポリオキシエチレン、架橋された澱粉-アクリル酸塩グラフト共重合体、部分中和架橋ポリアクリル酸、ビニルアルコール-アクリル酸

塩共重合体などが知られている。特に、これら吸水性樹脂を衛生材料分野に適用する場合、その吸水速度が重要であることが開示されており、吸水速度を向上させるための改質方法について数多くの提案がなされている。例えば、ポリビニルアルコール等の水溶性高分子化合物による樹脂の被覆（特開昭57-168, 921号公報）、多価金属塩による表面イオン架橋処理（特開昭60-163, 956号公報、米国特許第4,043,952号、4,295,987号、4,558,091号、4,693,713号等）、比較的低分子量のカチオン性化合物による表面イオン架橋処理（特開昭60-135, 432号公報、特開昭61-293, 246号公報、特開平2-248, 404号公報、米国特許第4,755,562号等）、吸水性樹脂微粒子を造粒する方法（特開昭57-187, 306号公報、特開昭61-97, 333号公報、特開昭63-154, 766号公報、特開平3-501, 493号公報、欧州特許第326,382号、米国特許第5,002,986号等）等である。

【0004】 しかしながら、従来の吸水性樹脂の改質方法は、吸水性樹脂が水性液体と接触したときに出来る限り速やかに吸水するように設計することを目的としており、意図的にその吸水速度をコントロールしようとする試みはほとんどなされておらず、どの程度吸水速度がコントロールされればその吸水特性が最大限発揮できるか詳細に検討された例も知られていない。また、吸水速度は吸水性樹脂の表面積を大きくすれば速くなるものの、表面積を大きくすればする程、その物理的なゲル弾性は低下するという欠点を併発するため、設計どおりの吸水能力を発揮できなかった。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】 本発明者らはそのような現状に鑑み、鋭意検討を加えた結果、吸水速度を特定範囲に制御し、物理的ゲル弾性を改善した吸水剤が、著しくすぐれた吸収挙動を示すことを見出し、本発明に到達した。

【0006】 従って、本発明の目的は、吸水性樹脂の吸収能を最大限に発揮できる新規な吸水剤およびその製造方法を提供することにある。このような吸水剤は制御された粒径特性およびゲル弾性を有する新規な吸水剤により達成される。また本発明はそのような吸水剤を安価に簡便に得る方法を提供することにある。更に本発明の別の目的は改良された吸水剤を使って作られた著しく漏れの少ない吸収物品を提供することにある。

【0007】

【問題点を解決するための手段】 これらの諸目的は、149 $\mu$ m以下の粒子が10重量%よりも少なく、かつ生理食塩水28g/吸水剤gを吸水する際に吸水速度が20～90秒の範囲である粒子状の吸水剤であって、かつこのようにして得られる膨潤ヒドロゲルに直径15/3

2インチ(約11.9mm)の鋼球(JIS B-1501の鋼球)を20cmの高さから自由落下させたときに、該鋼球が膨潤ヒドロゲルから弾むか、もしくは静止後、膨潤ヒドロゲルへの該鋼球(約11.9mm)の侵入がないことを特徴とする吸水剤により達成される。

【0008】これらの諸目的は、149 $\mu$ m以下の粒径を有する粒子が15~75重量%の範囲の酸性基を有する吸水性架橋重合体粒子100重量部に対し、分子量5,000以上の第1級アミノ基、第2級アミノ基、第3級アミノ基およびそれらの塩よりなる群から選ばれた少なくとも1種を含むポリカチオン化合物を1~10重量部含有する水性液として添加混合することの特徴とする吸水剤の製造方法によっても達成される。

【0009】

【作用】本発明は、第1に、生理食塩水28g/吸水剤gを吸水する際に吸水速度が20~90秒、好ましくは30~70秒の範囲で、かつこのようにして得られる膨潤ヒドロゲルに直径15/32インチ(約11.9mm)の鋼球を20cmの高さから自由落下させたときに、鋼球が膨潤ヒドロゲルから弾むか、もしくは静止後、該膨潤ヒドロゲルへの該鋼球(約11.9mm)の侵入がないことを特徴とする吸水剤である。

【0010】しかし、該吸水剤は、粒子状であって、その粒度分布が造粒により149 $\mu$ m以下の粒子が10重量%より少なく、好ましくは5重量%未満であり、かつ149~500 $\mu$ mの粒子が50重量%以上、好ましくは70重量%以上含有するものである。

【0011】前記吸水剤は、吸水速度が速ければ、速いほどよいものではない。すなわち、従来は、吸水速度は速ければ速いほど良いと考えられてきた。しかしながら驚くべきことに、前記吸水速度が20秒未満の場合、例えばパルプと混合して吸水体を作成した場合、無荷重下での一次吸水速度は確かに優れるものの、荷重下での二次および三次にわたる吸水において逆にマイナスとなることが確認されたのである。すなわち、吸水速度が速すぎる場合、吸水し膨潤した吸水剤間での液の流れを閉塞させる傾向がみられたのである。したがって、荷重下での再吸収速度が遅くなるので、おむつ等の吸収物品において漏れを生じるのである。一方、前記吸水速度が90秒を越える場合、無荷重時の吸水速度が遅くなるので、おむつ等の吸収物品において漏れを生じるのである。

【0012】また、前記落球試験において鋼球が膨潤ヒドロゲルから弾むか、もしくは静止後、膨潤ヒドロゲルへの該鋼球(約11.9mm)の侵入がないことが必須の要件である。すなわち、鋼球が弾むか、もしくは鋼球の侵入がないということは、膨潤ヒドロゲルが高い反発力を有するため、荷重がかかる用途(例えば紙おむつ、生理用ナプキンなど)において、荷重がかかった後も、二次および三次吸水の吸水速度を速く保つことができるのである。

【0013】さらに、同じような吸水速度を持つ吸水剤を用いて、落球侵入の重要性を比較してみると、明らかに落球侵入の有無によって荷重下の二次吸水速度が異なっているのである。また、繊維質材料とともに複合化して得られる紙おむつや生理ナプキン等のごとき吸収物品においては、ゲル弾性が高いために、荷重下であっても繊維(例えばセルロース繊維)間のキャピラリーを閉塞させることなく、このため荷重下でも吸水速度が速くなる。

10 【0014】本発明の吸水剤の典型例は、特定の粒子径を有する酸性基を有する吸水性架橋重合体粒子に、特定分子量的水溶性ポリカチオン化合物含有水性液を添加混合することにより得られる。

【0015】本発明で使用される酸性基を有する吸水性架橋重合体粒子としては、公知のものが使用できる。例えば、部分中和ポリアクリル酸架橋重合体(米国特許第4,286,082号、4,654,039号、4,833,222号、欧州特許第68,189号等)、架橋された澱粉-アクリル酸塩共重合体(米国特許第4,076,663号)、部分中和架橋イソブチレン-マイレン酸共重合体(米国特許第4,389,513号)等である。そしてこれらは上記特許に記載されている方法により得ることができる。中でも好ましいものは、アクリル酸および/またはアクリル酸塩を共重合性架橋剤の存在下に水溶液重合し、必要により中和し、乾燥の後粉砕して得られる、部分中和ポリアクリル酸架橋重合体である。該重合反応液中に澱粉やポリビニルアルコールのような水溶性高分子化合物を存在させておくこともできる。

30 【0016】本発明において、水溶性の高分子量ポリカチオン化合物水性液と接触混合されるベースポリマー粒子は、その1次粒子のすべてが840 $\mu$ mよりも小さく、かつ149 $\mu$ mよりも小さい粒子が15~75重量%、特に25~70重量%の範囲であることが好ましい。15重量%未満では、得られた吸水剤の吸水速度のバランスが崩れてしまう。また、処理後に得られる顆粒は、粗粒子が増加してしまう。また、149 $\mu$ mよりも小さい粒子が全体の75重量部よりも多い場合にも吸水速度のバランスが崩れてしまい、更に吸水後にそのゲル強度が小さくなりすぎていわゆるゲルブロックを起こすので吸水特性上好ましくない。

40 【0017】本発明に使用される水溶性高分子量ポリカチオンは、少なくともその平均分子量が5,000以上、好ましくは、10,000~100,000のものであって、第1級アミノ基、第2級アミノ基、第3級アミノ基およびそれらの塩よりなる群から選ばれる少なくとも1種を含むポリカチオン化合物であることが好ましい。平均分子量がこれよりも低いと、得られた吸水剤のゲル弾性が低下し、本発明の吸水剤は得られない。また

あっても本発明の効果は得られない。本発明で使用される水溶性の高分子ポリカチオンとしては、ポリエチレンイミン、ポリプロピレンイミン等のポリアルキレンポリアミン、変性ポリエチレンイミン、ポリアリルアミン、ポリビニルアミン、ポリエーテルアミン等を例示できる。好ましいポリカチオンはポリエチレンイミンである。

【0018】水溶性高分子量ポリカチオン化合物の使用量は、好ましくは酸性基を有する吸水性架橋重合体粒子100重量部に対し、1~10重量部の範囲である。1重量部未満では、得られた吸水剤のゲル弾性が不十分となる。更に得られた顆粒品が弱い衝撃等で簡単に元の粉粒に戻るものがあって好ましくない。一方、10重量部を越える場合には吸水速度のコントロールが困難となるだけでなく、経済的観点からも好ましくない。本発明において、ポリカチオン化合物は水性液の状態で添加混合される。水性液は通常水溶液の状態で使用されるが、必要により水に親水性有機溶媒を混合させておくことも可能である。使用される親水性有機溶媒の量は水に対して同量よりも少ない量が適切である。

【0019】本発明の吸水剤は、例えば、以下の方法、すなわち、すべての粒子が840ミクロンよりも小さく、149ミクロン以下の粒子が15~75重量%の範囲の、酸性基を有する架橋重合体粒子100重量部に対し、分子量5,000以上の第1級アミノ基、第2級アミノ基、第3級アミノ基およびそれらの塩よりなる群から選ばれる少なくとも1種を含むポリカチオン化合物を1~10重量部、好ましくは2~8重量部含有する水性液を添加混合することによって得ることができる。混合に際しては、例えば、洗剤等の製造に用いられている顆粒製造装置や、高速撹拌混合機、気流混合機、転動式混合機、混練機、スプレードライヤー等機械的に混合あるいは造粒する装置を使用できる。また、ポリカチオン化合物を含有する水性液中のポリカチオンの濃度は通常10~90重量%、好ましくは35~75重量%の範囲である。あまりにポリカチオン化合物の濃度が薄かったり濃かったりすると、均一な混合が行われていないことがある。得られた混合物は必要に応じて乾燥させてもよい。また、微粒子酸化チタン、シリカ等を後添加してもよい。得られた顆粒の粒子径は140ミクロンよりも小さい粒子が10重量%未満となるようにコントロールされることが好ましい。顆粒の粒子径をこの範囲にコントロールするためにフラッシュミルの様な装置を使用して破碎造粒することが好ましい。本発明では、高分子量のポリカチオンがバインダー助剤として働くため、得られる吸水剤の粒度分布をよりシャープにすることができる。得られた吸水剤は微粒子の発生が少ないために、その取扱い性を飛躍的に向上させることもできる。

【0020】上記方法により得られた本発明の吸水剤は、吸水速度が適切な範囲に制御され、かつ、従来の方

法では得ることのできなかったゲル弾性を有するものである。さらに、水溶性のポリカチオン化合物がバインダー助剤としても働くために、得られた顆粒の機械的強度が著しく向上しており、実使用にあつては吸水性重合体微粒子の飛散を著しく押さえることができるものである。

【0021】本発明の吸水剤は、その改善された吸水特性のため、例えば粉砕パルプと混合されて使用されることによって特に優れた効果を発揮するものである。粉砕パルプとの混合物は、マット状に成形されることにより、例えば紙おむつ、生理用ナプキン等の吸水体として好適に使用できる。本発明者らによって、吸水速度を限りなく速くすることは、逆にその荷重下における吸水速度が低下するものであることが実証された。従って、適当な範囲に吸水速度が制御されることは特にこの用途に好ましい。28g生理食塩水/吸水剤gを吸水するまでの吸水速度が、20~90秒の範囲に制御されることは本発明において臨界的な意味を持つものである。更に、本発明の吸水剤は28g生理食塩水/吸水剤gを吸水したときに、鋼球の自由落下侵入がないというこれまでにない新規なゲル弾性を有する吸水剤を提供するものである。鋼球の自由落下侵入がないということにより、例えば吸水剤/粉砕パルプの使用比率を55~95/45~5というこれまでにない、吸水剤リッチな条件の使用であっても、パルプのキャピラリーを閉塞させることなく使用可能であることも明らかになった。

【0022】従って、本発明の吸水剤は、使い捨ておむつ、生理用ナプキン等の衛生材料の他、土壌保水剤、育苗シート、種子コーティング、農薬崩壊助剤、キノコ培地、水苔代替、鮮度保持材、ドリッパ吸収材、猫砂、食品の脱水、結露防止材、法面吹付用保水材、使い捨てカイロ、シーリング材、ゲル芳香剤、汗取りバンド、保冷材、消臭材、携帯用トイレ、湿布材、創傷保護用ドレッシング、止水材、油水分離、消化用ゲル等種々の用途にも使用可能である。

#### 【0023】

【実施例】以下、実施例により本発明をさらに説明するが、これに限定されるものではない。

【0024】参考例1 吸水性樹脂粒子(A)の合成  
 アクリル酸ナトリウム74.95モル%、アクリル酸25モル%およびトリメチロールプロパントリアクリレート0.05モル%からなるアクリル酸塩系単量体の39%水溶液4,000重量部を、過硫酸ナトリウム5.0重量部およびL-アスコルビン酸0.25重量部を用いて窒素雰囲気中30~70℃で重合を行ない、ゲル状含有水架橋共重合体を得た。得られた含水ゲル状重合体を150℃の熱風乾燥機で乾燥後、ハンマーミルで粉砕し、500μmの開孔を有する金網(JIS 32メッシュ標準ふるい)でふるい分けして、32メッシュ通過物(以下、吸水性樹脂粒子(A)という)を得た。この

物の粒度分布は、 $149 \sim 500 \mu\text{m}$ の粒子が68.7重量%、 $149 \mu\text{m}$ 以下の粒子が31.3重量%であった。

【0025】参考例2 吸水性樹脂粒子(B)の合成例  
 アクリル酸99.8モル%およびメチレンビスアクリルアミド0.2モル%からなるアクリル酸系単量体の20%水溶液4,000重量部をアゾ系開始剤V-50(和光純薬工業株式会社製)12重量部、過酸化水素4重量部およびL-アスコルビン酸1重量部を用いて窒素雰囲気中 $10 \sim 80^\circ\text{C}$ で重合を行ない、ゲル状含水架橋重合体を得た。得られた含水ゲル状重合体を解砕し、このものに水酸化ナトリウムを2,224重量部加え混合した。その後、 $150^\circ\text{C}$ の熱風乾燥機で乾燥し、ハンマーミルで粉碎し、 $500 \mu\text{m}$ の開孔を有する金網でふるい分けして、 $500 \mu\text{m}$ 以下の吸水性樹脂粒子(B)を得た。この物の粒度分布は、 $149 \sim 500 \mu\text{m}$ が30%、 $149 \mu\text{m}$ 以下は70%であった。

#### 【0026】実施例1

吸水性樹脂粒子(A)100重量部に対して、エポミンP-1050(ポリエチレンイミン、数平均分子量約7万の50%水溶液、株式会社日本触媒社製)を6重量部添加混合し、室温で1時間放置後、混合物を解砕し、全ての粒子を $840 \mu\text{m}$ の開孔を有する金網を通過せしめた。更にアエロジル200(超微粒子の酸化珪素、日本アエロジル株式会社製)を0.5重量部混合して本発明の吸水剤(1)を得た。この物の粒度分布は、 $149 \sim 500 \mu\text{m}$ の粒子が85.4重量%、 $149 \mu\text{m}$ 以下の粒子が2.2重量%であった。

#### 【0027】実施例2

吸水性樹脂粒子(A)をさらに $297 \mu\text{m}$ の開孔を有する金網(JIS 48メッシュ標準ふるい)でふるい分けして、48メッシュ通過物(以下、吸水性樹脂粒子(C)という)を得た。この物の粒度分布は、 $149 \mu\text{m}$ 以下の粒子が46.2重量%であった。吸水性樹脂粒子(C)100重量部に対して、エポミンP-1050(ポリエチレンイミン、数平均分子量約7万の50%水溶液、株式会社日本触媒社製)6重量部、エタノール2重量部からなる水性液を添加混合し、 $70^\circ\text{C}$ で15分間放置後、混合物を解砕し、全ての粒子を $840 \mu\text{m}$ の開孔を有する金網を通過せしめた。このものにさらにアエロジル200(超微粒子の酸化珪素、日本アエロジル株式会社製)を0.5重量部混合して本発明の吸水剤(2)を得た。この物の粒度分布は、 $149 \sim 500 \mu\text{m}$ の粒子が90.3重量%、 $149 \mu\text{m}$ 以下の粒子が2.7重量%であった。

#### 【0028】実施例3

吸水性樹脂粒子(B)100重量部に対して、エポミンP-1050(ポリエチレンイミン、数平均分子量約7万の50%水溶液、株式会社日本触媒社製)6重量部、エタノール2重量部からなる水性液を添加混合し、室温

で1時間放置した。全ての粒子を $840 \mu\text{m}$ の開孔を有する金網を通過せしめ、さらにアエロジル200(超微粒子の酸化珪素、日本アエロジル株式会社製)を0.5重量部混合して本発明の吸水剤(3)を得た。この物の粒度分布は、 $149 \sim 500 \mu\text{m}$ の粒子が76重量%、 $149 \mu\text{m}$ 以下の粒子は4.7重量%であった。

#### 【0029】比較例1

吸水性樹脂粒子(A)をさらに $149 \mu\text{m}$ の開孔を有する金網(JIS 100メッシュ標準ふるい)でふるい分けして、100メッシュ通過物(以下、吸水性樹脂粒子(D)という)を得た。吸水性樹脂粒子(D)100重量部に対して、実施例2と同様の処理を行ない、比較吸水剤(1)を得た。この物の粒度分布は、 $149 \sim 500 \mu\text{m}$ の粒子が62.8重量%、 $149 \mu\text{m}$ 以下の粒子が19.0重量%であった。

#### 【0030】比較例2

吸水性樹脂粒子(A)100重量部に対して、硫酸アルミニウムの10%水溶液を5重量部添加混合し室温で40分間放置し、アエロジル200(超微粒子の酸化珪素、日本アエロジル株式会社製)を1重量部混合し $840 \mu\text{m}$ の開孔を有するふるいを通過せしめて比較吸水剤(2)を得た。この物の粒度分布は、 $149 \sim 500 \mu\text{m}$ の粒子が67.7重量%、 $149 \mu\text{m}$ 以下の粒子が5.5重量%であった。

#### 【0031】実施例4～6および比較例3～4

実施例1～3および比較例1～2で得られた吸水剤(1)～(3)および比較吸水剤(1)～(2)を以下の方法で評価した。結果を表1に示した。

【0032】(吸水速度) 内径50mm、高さ70mmの円筒形のポリプロピレン製カップに吸水剤1gを取り、そこに28gの生理食塩水を注ぎ均一に吸収せしめた。注ぎ始めてから、生理食塩水がすべてゲル化(表面に生理食塩水が見えなくなる状態)するまでの時間を測定し、3回の平均を値とした。

#### 【0033】(落球試験)

吸水速度測定後、カップ内で28g/gに膨潤したゲルを10分間放置した。その後、得られた膨潤ヒドロゲルに高さ20cmから鋼球(直径15/32インチ(約11.9mm)、重量6.9g: JIS B-1501の鋼球)を自由落下させた。ボールが該膨潤ヒドロゲルから弾むか、もしくは侵入した距離を測定した。この試験を3回行い平均を求めた。

#### 【0034】実施例7

実施例1で得られた吸水剤(1)140重量部および粉碎パルプ60重量部をミキサー中で乾式混合し、次いでバッチ型空気抄造装置を用いてワイヤースクリーン上に空気抄造して、寸法10cm×20cmのウェブとした。得られたウェブの上下面を坪量0.0013g/cm<sup>2</sup>のティッシュペーパーで挟持し、その後圧力2kg/cm<sup>2</sup>(約196kPa)で5秒間プレスして、坪量約

0.05 g/cm<sup>2</sup>、密度約0.17 g/cm<sup>3</sup>の本発明の吸水体(1)を得た。

【0035】実施例8～9および比較例5～6  
実施例2～3で得られた吸水剤(2)～(3)および比較例1～2で得られた比較吸水剤(1)～(2)を用い、実施例7と同様にして本発明の吸水体(2)～(3)および比較吸水体(1)～(2)を得た。

【0036】実施例10～12および比較例7～8  
得られた本発明の吸水体(1)～(3)、比較吸水体(1)～(2)を以下の方法で評価して、吸水体の吸水特性を評価した。結果を表1に示した。

【0037】(無荷重下での吸水体評価)得られた吸水体を直径9 cmの円形に切り取り、直径120 mm、高さ40 mmのシャーレーに入れ、そこに生理食塩水50 gを注いだ。注ぎ始めてから、生理食塩水がすべて吸水

体に吸水されるまでの時間を測定し、3回の平均を値とした。

【0038】(荷重下での吸水体評価)

得られた吸水体を直径9 cmの円形に切り取り、直径120 mm、高さ40 mmのシャーレーに入れ、そこに生理食塩水30 gを注いだ。注ぎ始めてから、生理食塩水がすべて吸水体に吸収されるまでの時間を測定した(無荷重下)。5分間放置後、12 g/cm<sup>2</sup> (約1.18 kPa)の荷重を吸水体全体にかけ、その状態でさらに生理食塩水20 gを注いだ。注ぎ始めてから、生理食塩水が全て吸水体に吸収されるまでの時間を測定した(荷重下)。3回の平均を値とした。

【0039】

【表1】

	吸水剤での評価		吸水体での評価	
	吸水速度 (sec)	侵入距離 (mm)	無荷重下 (sec)	無荷重下/荷重下 (sec)
吸水剤(1) (2) (3)	60	0	25	8/10
	45	0	22	9/6
	31	0	17	9/9
比較吸水剤(1) (2)	19	0	13	5/40
	36	>14	23	6/21

【0040】実施例13

実施例1で得られた吸水剤(1)150重量部および粉碎バルブ150重量部をミキサー中で乾式混合し、次いでパッチ型空気抄造装置を用いてワイヤースクリーン上に空気抄造して、寸法10 cm×20 cmのウェブとした。得られたウェブの上下面を坪量0.0013 g/cm<sup>2</sup>のティシュペーパーで挟持し、その後圧力2 kg/cm<sup>2</sup> (約196 kPa)で5秒間プレスして、坪量約0.05 g/cm<sup>2</sup>、密度約0.17 g/cm<sup>3</sup>の本発明の吸水体(4)を得た。

【0041】実施例14～15および比較例9～10  
実施例2～3で得られた吸水剤(2)～(3)および比較例1～2で得られた比較吸水剤(1)～(2)を用い、実施例13と同様にして本発明の吸水体(5)～(6)および比較吸水体(3)～(4)を得た。

【0042】実施例16～21および比較例11～14  
得られた本発明の吸水体(1)～(6)、比較吸水体

(1)～(4)を以下の方法で評価して、吸水体の吸水特性を評価した。結果を表2に示した。

【0043】(荷重下での吸水体の一次・二次吸収評価)

得られた吸水体を直径9 cmの円形に切り取り、直径120 mm、高さ40 mmのシャーレーに入れた。吸水体の上に直径9 cmのアクリル樹脂板を載せ、更にその上に荷重を置いて、吸水体全体に14 g/cm<sup>2</sup> (約1.37 kPa)の荷重がかかるようにした。

【0044】この状態で、生理食塩水25 gを注ぎ、注ぎ始めてから生理食塩水がすべて吸水体に吸水されるまでの時間を測定した(一次吸収)。5分後、更に25 gの生理食塩水を注ぎ、再び生理食塩水がすべて吸水体に吸収されるまでの時間を測定した(二次吸収)。

【0045】

【表2】

	加重下での吸水速度	
	一次吸収 (sec)	二次吸収 (sec)
吸水体 (1)	36	57
(2)	27	55
(3)	24	56
(4)	35	91
(5)	27	64
(6)	23	56
比較吸水体 (1)	25	138
(2)	29	109
(3)	19	156
(4)	29	108

## 【0046】実施例22

実施例1で得られた吸水剤(1)120重量部および粉碎パルプ80重量部をミキサー中で乾式混合し、次いでパッチ型空気抄造装置を用いてワイヤースクリーン上に空気抄造して、寸法15cm×40cmのウェブとした。得られたウェブの上下面を坪量0.0013g/cm<sup>2</sup>のティッシュペーパーで挟持し、その後圧力2kg/cm<sup>2</sup>(約196kPa)で5秒間プレスして、坪量約0.05g/cm<sup>2</sup>、密度約0.17g/cm<sup>3</sup>の本発明の吸水体(7)を得た(重量24g)。

【0047】液透過性ポリプロピレントップシート、本発明の吸水体(7)、レッグギャザーを含む液不透過性ポリエチレンバッグシートおよび2つのテープファスナーからなる本発明の吸収物品(1)を両面テープにより個々のコンポーネントを締結させて手で組み立てた。本

発明の吸収物品(1)の重量は、45gであった。

## 【0048】比較例15

比較例2で得られた比較吸水剤(2)を用いて、実施例22と同様の方法で比較吸収物品(1)を作成した。比較吸収物品(1)の重量は45gであった。

## 【0049】実施例23

20 本発明の吸収物品(1)と比較吸収物品(1)を、8人の母親のパネル(1才児)により約一ヶ月にわたり試験した。各パネリストは、20個のおむつを無作為に受け取って試験した。試験後、各おむつを回収し、その漏れ率を比較した。結果を表3に示した。本発明の吸収物品が優れた吸収特性を有していることが判る。

## 【0050】

## 【表3】

	吸収物品(1)	比較吸収物品(1)
おむつ総数(個)	80	80
漏れ回数	5	12
漏れ率(%)	6.3	15

## 【0051】

【発明の効果】本発明による吸水剤は、以上のごとき構成を有しており、膨潤ヒドロゲルが高い反発力を有しているため、荷重がかかる用途において、荷重がかかった後も、二次および三次吸水の吸水速度を速く保つことができる。

【0052】また、繊維質材料とともに複合化して得られる紙おむつや生理用ナプキン等のごとき吸水物品においては、ゲル弾性が高いために、荷重下であっても繊維間のキャピラリーを閉塞させることはなく、このため荷重下でも吸水速度が速くなるという利点がある。



## フロントページの続き

- (56) 参考文献 特開 昭62-112655 ( J P , A )  
特開 昭58-42602 ( J P , A )  
特開 昭62-112654 ( J P , A )  
特開 平 5 - 156034 ( J P , A )  
特開 平 5 - 31362 ( J P , A )  
特開 昭57-73007 ( J P , A )  
特開 平 6 - 340818 ( J P , A )  
特開 平 6 - 57010 ( J P , A )

(58) 調査した分野 (Int. Cl. <sup>7</sup>, D B 名)

C08L 101/14

A61F 13/00 350

B01J 20/26